

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開  
⑫ 公開特許公報 (A) 昭57—95834

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 昭和57年(1982)6月14日  
C 03 B 5/02 7344—4G  
// F 27 D 11/06 7619—4K  
H 05 B 3/60 7708—3K  
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑮ 高周波誘導加熱によるガラス製造方法

⑯ 特 願 昭55—171806  
⑰ 出 願 昭55(1980)12月5日  
⑱ 発 明 者 山岸隆司  
伊丹市南野飛田1006—25  
⑲ 発 明 者 買手良一  
西宮市仁川町2丁目1番21—41

0  
⑳ 発 明 者 野口幸男  
豊中市旭丘9番52—3  
㉑ 発 明 者 橘正清  
大阪市平野区流町3—12—16  
㉒ 出 願 人 日本板硝子株式会社  
大阪市東区道修町4丁目8番地  
㉓ 代 理 人 弁理士 大野精市

明 細 書

1. 発明の名称

高周波誘導加熱によるガラス製造方法

2. 特許請求の範囲

ガラス溶解容器をワークコイルで囲み、このワークコイルに高周波電圧を印加して容器内のガラスを誘導加熱溶解する方法において、前記ワークコイルをガラスの流れ方向に複数セクションに分割分離して各セクションのワークコイルに供給する高周波エネルギーを個別に制御し、これによりガラス中に高温の溶解域とこれよりも低温の清澄域を生成させ、前記容器の一端側からガラス原料を連続的又は間歇的に供給しつつ他端側から溶解ガラスを連続的又は間歇的に取り出すようにした高周波誘導加熱によるガラス製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は高透明、高品質が要求される光伝送体ガラスや光学ガラスを連続的に製造する方法に関する。

一般にガラスを連続的に溶解する方法として以下に述べる方法を挙げることができる。

(1) 間接加熱による方法：板ガラス窯に代表されるような液体燃料あるいは気体燃料を燃焼させ、ガラス及びガラス溶解容器を加熱する方法と抵抗発熱体に通電し、その輻射熱でガラス及びガラス溶解容器を加熱する方法である。

(2) 直接通電による方法：これは一般に電気溶解法と呼ばれているものでガラス融液中に設けた電極材を介して、商用周波数の電流を通ずると電導体であるガラス融液内部でジュール熱による発熱が生じ、この熱によりガラスを連続的に溶解する方法である。

上記の方法に於て(1)の気体又は液体燃料を燃焼させる方法では燃料中に含まれる不純物による汚染及び燃焼ガス中に含まれる水分がガラス中に多量に溶け込み、光吸収損失を増大させるため高透明ガラスの溶解には適さない。

(1)のうち抵抗発熱体を用いる方法では、発熱体及び炉材中に含まれる遷移金属が炉内雰囲気中に

(1)

(2)

特開昭57- 95834 (2)

発熱し、ガラスを汚染する。遷移金属の汚染を極度にさけなければならない光伝送体ガラスの製造に於て発熱体及び炉体とガラス溶解容器の間に石英製のマッフルを設けて、汚染に対する工夫も行なわれている。ガラス溶解容器として石英ガラスを用いれば容器よりの汚染は少なくすることができ、石英ガラスの侵食が激しく、短時間の溶解に限られ連続溶解は困難である。また、ガラス溶解容器として白金の容器を使用すれば当該るつぽ中に含まれる遷移金属によりガラスは汚染されるし、且つ白金自身もガラス中に溶け込み光吸収損失を増大させる。

(2) に関しては連続溶解法としては非常に有効な方法である。しかし、電極材を直接ガラスに挿入するため当該電極材より多量の不純物がガラス中に混入し、ガラスがひどく汚染されるため高透明ガラスの溶解には適さない。

最近開発された方法として(3)気相合成法がある。代表的な気相合成法として V. A. D (VAPOR AXIAL DEPOSITION) 法を挙げることができる。当該方法

(3)

通常、高周波誘導加熱と呼ばれている方法は、溶解すべき物質により適正な交番電流をワークコイルに通じる必要がある。これは被加熱物質の固有抵抗と関係している。例えば金属の溶解には数十〜数百 KHz、ガラスの溶解には数 MHz の周波数が選ばれる。

高周波誘導加熱の利点はガラス融液自身が発熱するため、ガラス溶解容器を十分冷却することが可能となり、該容器の侵食を抑制し、不純物の混入を防ぐことができる点にあり、高透明ガラス、特に光伝送体ガラスの溶解に応用されている。

従来の高周波を利用したガラスの溶解方法では、まずガラス溶解容器にガラス原料を入れ、該容器底あるいは側壁にグラファイトブロック等のサセプタを設置し、これに高周波を印加するとサセプタが発熱する。この熱により該容器内のガラス原料が加熱され次第にガラス融液が形成される。ある程度ガラス融液が形成されるとガラス自身が十分の発熱量を持つ様になるので、サセプタを除去してもガラスの温度は十分高く保持することがで

(5)

は大別すれば(1)の間接加熱による方法に含まれるが、溶解容器を用いない点に特徴がある。当該方法はガラス原料として低沸点の  $SiCl_4$  や  $GeCl_4$  等の塩化物を高周波で火炎加水分解を行ない、当該反応で得られたススを石英綿等のターゲットに堆積させ一旦プリフォームを形成し、次に加熱処理して高透明光伝送体を連続的に製造する方法である。

しかし、当該方法は所謂シリカ系ファイバに適する製造方法である。この方法では多成分系ガラスの製造は難しいとされ、高屈折率差の光伝送体等を得ることが不可能と考えられている。また、堆積物の収率、堆積速度とも低く、高価格になる。

近年、高透明ガラスの溶解に高周波誘導加熱が応用されている。

高周波誘導加熱の原理はワークコイルに高周波交番電流を通じると、コイル内の被加熱物(電導体)自身に起電力が発生し、誘導電流が流れる。この電流をうず電流と呼び発熱はこのうず電流損によって生じる。

(4)

きる。

次いで該容器の侵食を防ぐため該容器外部より冷却を行なう。この後ガラス原料をガラス融液上に投入し、該容器の約 8割がガラス融液で満たされる迄ガラス原料の投入が続けられる。この後はガラス融液中に含まれる未溶解原料の消滅及び脱泡と均質化のため一定時間加熱される。しかる後約ガラス融液の温度を下げ、粘性が約  $10^3$  ポアズにてガラス表面よりガラス棒を引上げている。また、別の方法ではガラス融液を鋳型に流し込み、徐冷後切断、研削を行ない所望の形状のガラスを得ている。

一般に実用的な溶解ガラス製品を得る上で溶解、清澄、温度調整の段階が不可欠であり、上記した従来のパッチシステムによる高周波誘導加熱では時間的経過で上記各段階に適した温度履歴をガラスに与えている。

このため不必要な工程を含んだり、製品の歩留りも悪く生産性も低いという問題があった。

本発明の主な目的は、高透明、高品質のガラス

(6)

を多量且つ廣幅に連続製造する方法を提供することである。

本発明の他の目的は、高周波誘導加熱を用いて溶融ガラスを連続的に製造する方法を提供することである。

すなわち、本発明はガラス溶解容器をワークコイルで囲み、このワークコイルに高周波電圧を印加して容器内のガラスを誘導加熱溶解する方法において、前記ワークコイルをガラスの流れ方向に複数セクションに分割分離して各セクションのワークコイルに供給する高周波エネルギーを個別に制御し、これによりガラス中に高温の溶解域とこれよりも低温の清澄域を生成させ、前記容器の一側側からガラス原料を連続的又は間歇的に供給しつつ他端側から溶融ガラスを連続的又は間歇的に取り出すことを要旨としている。

本発明において隣接するワークコイル間の間隔の選定は重要な要素である。

すなわち、ガラス溶解に適した高い周波数(MHZ)になるとそれぞれのワークコイル同士が相互に干渉する。

融ガラスに比べて比抵抗が著しく大で且つ高耐蝕性の材質例えば石英からなる容器であり、容器 2 は天井部に原料投入口 3 をもつ溶解室 4 と、この溶解室 4 と区画されており底部でスロート 5 を通して連通する清澄室 6 を有し、清澄室 6 の端部には溶融ガラス取出口 7 が設けてある。

また、投入口 3 の上方にはハッパ 8 があってその内部に粉末原料、液体原料、ガラスカレットを適宜混合して所定成分に調整したガラス原料 9 が貯蔵してある。

また、容器 1 の溶解室 4 と清澄室 6 をそれぞれ囲む如く二つのセクションにワークコイル 10A・10B が前述した所定の間隔 1 をおき中心軸線を共通にして設けてあり、これらのワークコイル 10A および 10B はそれぞれ別個の高周波発振機 11A・11B に接続されている。

ワークコイル 10A・10B は例えば銅管で構成して管内に冷却水を通す。

上記装置でガラスを溶解する場合、当初容器 1 の底壁とワークコイル 10A・10B との間にグラファ

(7)

### 特開昭57- 95834 (3)

渉し合い、上記間隔が不適当なときはコイル間でスパークを起したり、寄生振動が発生し発振機を損傷することにもなる。

また、コイルから発生する磁界により近接する他コイルに誘起電流が発生し印加電圧が大<sup>き</sup>く変動する。

このため印加電圧の制御ができなくなる。

本発明者らは、実験検討を重ねた結果、コイル間距離 2 を 40 mm 以上好ましくは 50 mm 以上とすること及び発振機 A 及び B の発振周波数の差を 50 KHZ 以上好ましくは 100 KHZ 以上にすることにより複数のコイルを隣接して使用できることを見出し、また発振周波数が同一のときはコイル間距離を 70 mm 以上好ましくは 100 mm 以上離すことにより相互干渉による影響を実用的に無視できる程度を軽減できることも見い出すに至った。

本発明はこの知見に基づき完成したものである。

以下、本発明を図面に示した実施例につき詳細に説明する。

第 1 図において、1 は溶融ガラス、2 は高温溶融

(8)

イトブロック等からなるサセプタ 12 を介在させ、この状態でガラス原料 9 を投入口 3 を通じて溶解室 4 内に導入し、ワークコイル 10A・10B に発振機 11A・11B で高周波電圧を印加する。

これによりサセプタ 12 が誘導加熱され、容器 1 内のガラス原料がサセプタ 12 の輻射熱により次第にガラス化しガラス融液となる。

ある程度のガラス融液が生成された段階でサセプタ 12 を除去し、代りに冷却装置 13 を設置して容器 1 の底壁及び側壁を冷却し高温ガラス融液による侵食から保護する。

なお、冷却装置 13 を設置してもガラス融液は自己発熱しているため内方では高温に保持されている。

ガラス融液が容器 1 の内容積の 8 割程度になるまでガラス原料 9 の投入を行ない、その後は連続的又は間歇的に原料を投入しつつ取出口 7 から溶融ガラスをオーバーフローの形で連続的又は間歇的に取出す。

定常状態においては、溶解室 4 内で 1350~1500

(10)

℃程度の高温でガラスの粗溶解を行ない、スロート5を通して流れ込む消泡室6内の熔融ガラスを溶解室4におけるよりもより低温度、一例として1200~1250℃前後に保持してここで脱泡、均質化を行なう。

取り出された熔融ガラスは例えば棒状に成形され、屈折率分布型レンズあるいはファイバー製造用母材として使用される。

第2図に本発明を実施するための他の装置例を示す。

本例は溶解室4内のガラスを加熱するワークコイル10Aと消泡室6内のガラスを加熱するワークコイル10Bをそれぞれ軸線を垂直にして設置し、且つ消泡室6の上方を開放した構造として消泡室6内の溶解ガラスを連続的に引き上げることによってガラス棒1Aを直接連続成形するようにした方法である。

第3図は本発明のさらに他の実施例を示し、本例はガラス溶解容器2を、原料投入口3、溶解室4、スロート5、消泡室6、ノズル15、熔融ガ

(11)

定常的な消泡ゾーンを生成させる。

そして容器2から取り出されるガラス中に含まれる欠点の種類に応じて中間のワークコイル10Cに印加する高周波電力を調整して溶解ゾーンあるいは消泡ゾーンの範囲を拡張する。

例えばガラス原料投入量及び取出し熔融ガラス量を次第に増加させていくとガラス中に未溶解物が検出されるようになる。このような場合はワークコイル10Cを高温度側に制御して溶解ゾーンを拡大して未溶解物の消失を促進させる。

また、泡が残存する場合は、泡の大きさが $0.1\mu\text{m}$ ないし $1\mu\text{m}$ 程度であれば上記と同じく高温の溶解ゾーンを拡張する方向にワークコイル10Cを制御することが好ましく、数ミクロンないし数十ミクロンの微小泡であれば消泡ゾーンを拡張するように温度制御することが望ましい。

実施例1

第1図に示した装置において、容器2として石英ガラス製の熔融ガラス容量が約6kgの大きさのものを使用し、ワークコイル10A、10Bとして

(13)

ラス取出口7が中心軸線を共通として上方から下方に順次設けられた縦型構造とし、上方から投入したガラス原料9を上段のワークコイル10A、高周波発振機11Aで誘導加熱して溶解室4内で粗溶解し、下段のワークコイル10Bと発振機11Bにより熔融ガラスを消泡室6内で上段よりも低温度に誘導加熱して脱泡消泡を行ない、リングヒーター14で温度制御されるノズル15を通じてガラスロッド1Aとしてまたは流動状態のまま熔融ガラスが取り出される。

第4図に示した例は、容器2に溶解室、消泡室の区画を設けず、熔融ガラスの液面位置からノズル15の入口まで同一径の構造とし、3つの高周波発振機11A、11B、11Cによってそれぞれ独立に制御されるワークコイル10A、10B、~~10C~~を相互に適宜間隔 $L_1, L_2$ をおいて直列に設置した装置である。

上記装置により、最上段のワークコイル10Aで熔融ガラス中に定常的な溶解ゾーンを生成させ、最下段のワークコイル10Bで上記よりも低温度の

(12)

外径 $8\text{mm}$ の銅パイプを内径 $150\text{mm}$ のコイル状に巻回したものを使用し、両コイルの間隔 $L$ を $60\text{mm}$ に設定した。

ガラス原料として二酸化珪素、硝酸ナトリウム、酸化硼素、炭酸カルシウム、酸化ジルコニウム及び消泡剤として三二酸化アンチモンを使用し、溶解室用高周波発振機11Aの発振周波数を400MHz、陽極電圧( $E_p$ )を40KV、陽極電流( $I_p$ )を4.4Aとし、消泡室用発振機11Bの発振周波数を395MHz、 $E_p$ を47KV、 $I_p$ を3.0Aとして連続溶解を行なった。

投入量はガラス換算で20g/minを投入し、この量に見合う量を取り出し口7から流し出しグラファイト製のモールドに流し込んだ。得られたガラス塊を切断、研磨後、肉眼、光学顕微鏡及びHeNeレーザーでガラスの欠点を調べたが、泡、脈理、未溶解及び異物等の欠点はなかった。また、ガラスの一部を二重のつば法で蝕引きし、透過損失を測定した結果、波長が $0.83\mu\text{m}$ に於ける光吸収損失は2.5dB/cmであり、パッチシステムと比較する

(14)

と0.54B/Km 低い値となった。この原因は連続溶融では手作業がなくなったことにより外部よりの汚染がなくなったことによると考えられる。

#### 実施例2

第2図の装置において、発振機//Aの発振周波数を400MHz、発振機//Bの発振周波数を370MHz、両コイル間距離 $l$ を45mmとし、石英製の容器2を用いてガラス原料は二酸化珪素、硝酸ナトリウム、酸化硼素、炭酸カルシウム、硝酸バリウム及び清澄剤として亜硫酸を使用し、発振機//Aの $E_p$ を5.7KV、 $I_p$ を4.2A、発振機//Bは $E_p$ を4.5KV、 $I_p$ を2.9Aで連続溶融を行なった。

パッチ投入量はガラス換算で17g/minを投入し、この量に見合う量を清澄部のガラス自由表面よりガラスロッドの形で連続的に引上げた。

引上げたロッド中には実施例1と同様の検査を行なったが欠点はなかった。

二重つば法で線引きしたファイバーの光損失は0.83μで8.24B/Kmであった。

(15)

一方、パッチ投入量をガラス換算で30g/minとし同上の条件で連続溶融したところ、10~40μ程度の未溶解物がガラスロッド1m当り3~5ヶ発見された。また、30~60μの泡がロッド1m当り0~2ヶ存在した。

なお、パッチ投入量をガラス換算で22g/minの投入速度で得られたガラスロッドを再溶融しプラスチックラッドを被覆したファイバーに形成し、波長が0.83μの光損失を測定したところ5.4B/Kmの値が得られた。

#### 実施例4

第4図に示した装置において発振機//Aの周波数を430MHz、//Bを350MHz、//Cを395MHz、コイル間距離は $l_1$ を50mm、 $l_2$ を70mmとした。

カレットの使用量(最初のみ)ガラス原料及び割合割合は実施例3と全く同じものである。

ガラス溶解容器は石英ガラスである。

発振機//Aの $E_p$ は6.5KV、 $I_p$ は4.8A、発振機//Cの $E_p$ は6.2KV、 $I_p$ は4.4A、発振機//Bの

(17)

#### 実施例3

第3図の装置において、発振機//Aの周波数を350MHz、//Bの周波数を430MHz、コイル間距離 $l$ を50mmとした。

本実施例では、予じめ用意した高透明カレットを容器底より50mmの高さ迄充填し、その上にパッチを投入した。

ガラス原料は二酸化珪素、炭酸ナトリウム、酸化硼素、酸化亜鉛、水酸化アルミニウム、清澄剤としては亜硫酸を使用した。

ガラス溶解容器は石英ガラスを用い、底部のノズル先端口よりガラスロッドを引出した。

発振機//Aの $E_p$ は6.5KV、 $I_p$ は4.8A、発振機//Bの $E_p$ は5.5KV、 $I_p$ は3.5Aで溶融を行なった。

パッチ投入量はガラス換算で22g/minの投入速度で行ない、この量に見合う量をノズル先端より引出した。

引出したロッド中には実施例1と同様の検査を行なったが欠点は全くなかった。

(16)

$E_p$ は5.5KV、 $I_p$ は3.6Aで連続溶融を行なった。パッチ投入量はガラス換算で30g/minで行なったが、得られたガラスロッド中に欠点は全く無かった。

#### 4 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す縦断面図、第2図は本発明の他の実施例を示す縦断面図、第3図は本発明のさらに他の実施例を示す縦断面図、第4図は本発明のさらに他の実施例を示す縦断面図である。

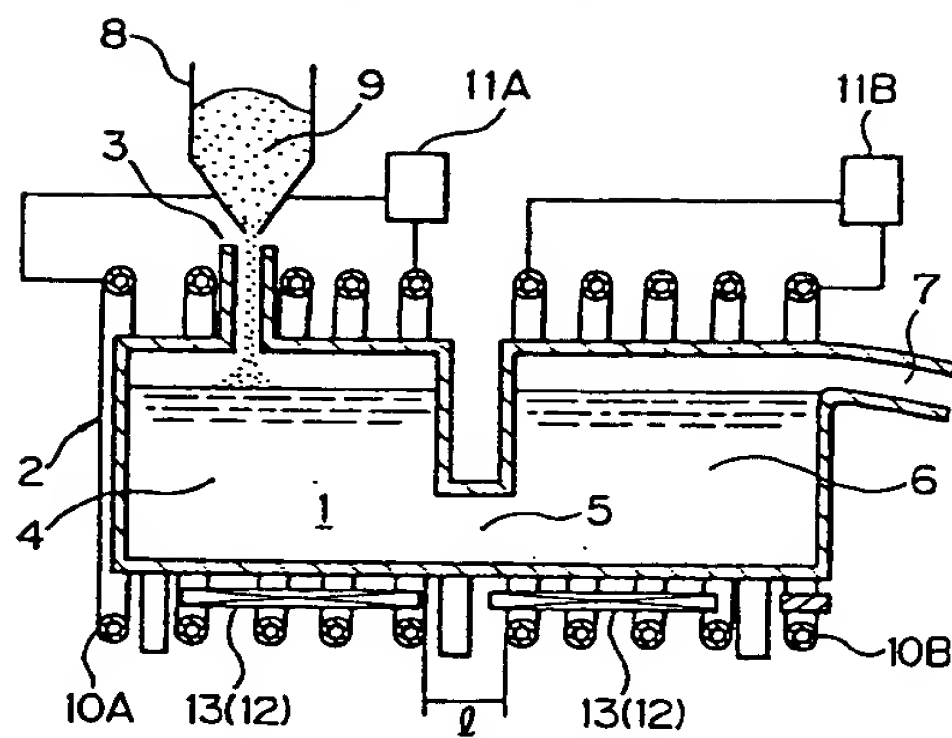
- 1 ..... 溶解ガラス 2 ..... 溶解容器  
3 ..... 原料投入口 4 ..... 溶解室4  
5 ..... スロート 6 ..... 清澄室  
7 ..... 溶解ガラス取出口 8 ..... ホッパー  
9 ..... ガラス原料 10A, 10B, 10C ..... ワークコイル //A, //B, //C ..... 高周波発振機  
12 ..... サセプタ 13 ..... 冷却装置  
14 ..... ヒーター 15 ..... ノズル

特許出願人 日本板硝子株式会社

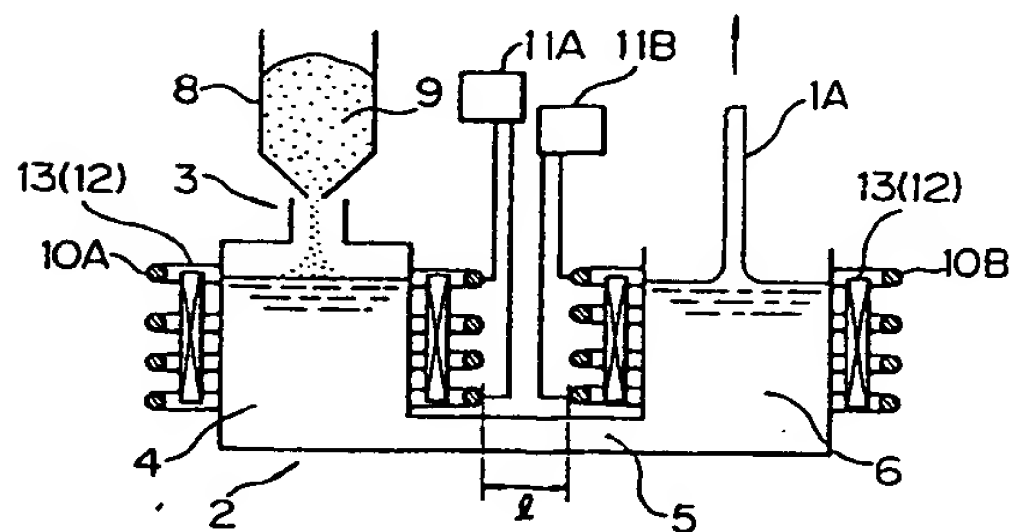
代理人 弁理士 大野 朝 市

(18)

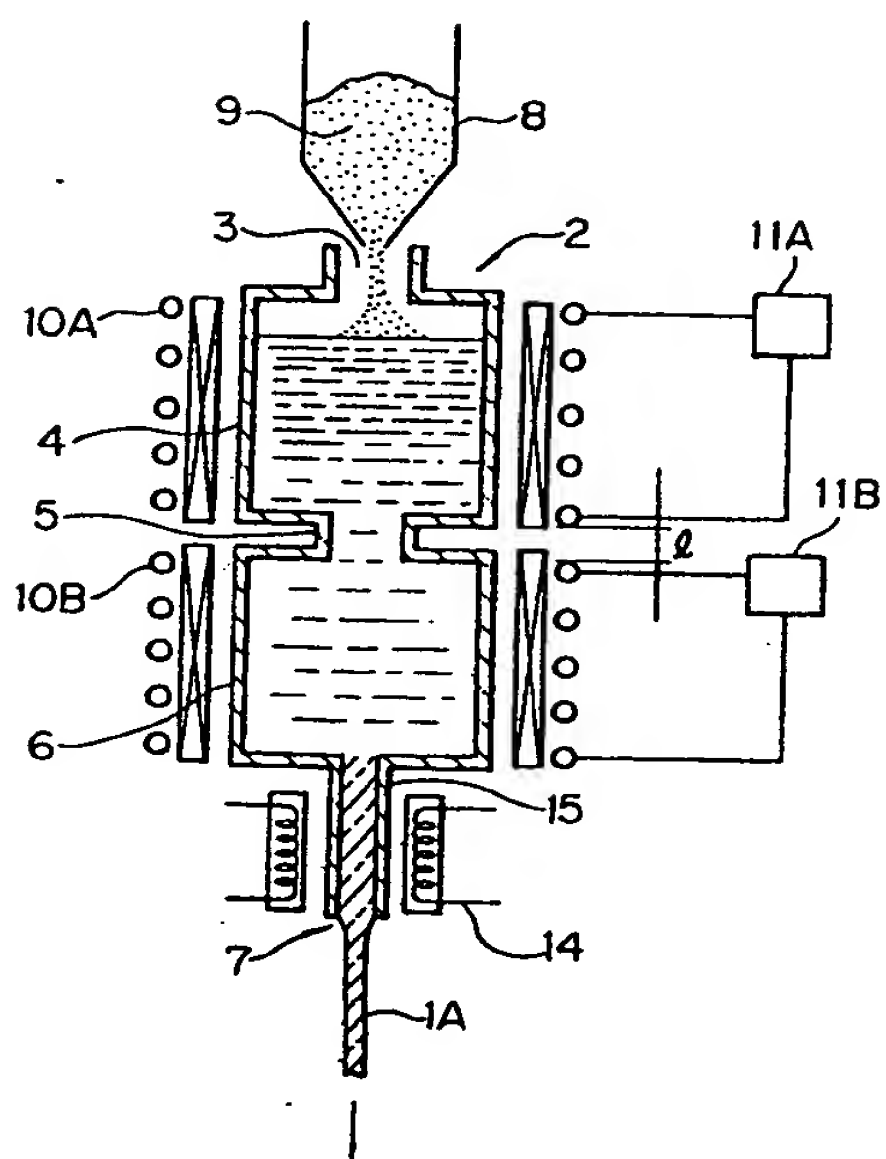
第 1 図



第 2 図



第 3 図



第 4 図

